Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/EP05/002685

International filing date: 14 March 2005 (14.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: DE

Number: 10 2004 013 007.8

Filing date: 16 March 2004 (16.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 22 April 2005 (22.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in

compliance with Rule 17.1(a) or (b)



PCT/EP200 5 / 0 0 2 6 8 9

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen:

10 2004 013 007.8

Anmeldetag:

16. März 2004

Anmelder/Inhaber:

BASF Aktiengesellschaft, 67056 Ludwigshafen/DE

Bezeichnung:

Verfahren zur Herstellung von Papier, Pappe und

Karton

IPC:

D 21 M 17/34

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

> München, den 24. November 2004 **Deutsches Patent- und Markenamt** Der Präsident

Im Auftrad

A 9161

Verfahren zur Herstellung von Papier, Pappe und Karton

Beschreibung

20

25

30

35

40

- Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Papier, Pappe und Karton durch Entwässern eines Störstoffe enthaltenden Papierstoffs in Gegenwart von Polymerisaten, die Vinylamineinheiten enthalten und die eine mittlere Molmasse M_w von mindestens 1 Million haben.
- Aus der EP-A-0 438 707 ist ein Verfahren zur Herstellung von Papier, Pappe und Karton durch Entwässern eines Störstoffe enthaltenden Papierstoffs in Gegenwart von hydrolysierten Homo- und/oder Copolymerisaten des N-Vinylformamids mit einem Hydrolysegrad von mindestens 60 % als Fixiermittel und kationischen Retentionsmitteln bekannt. Die als Fixiermittel eingesetzten Polymeren haben K-Werte nach Fikentscher von 30 bis 150 (gemessen in 5 %iger wässriger Kochsalzlösung bei einer Polymerkonzentration von 0,5 Gew.-% und einer Temperatur von 25°C).
 - Nach dem aus der EP-A-0 438 755 bekannten Verfahren stellt man Papier, Pappe und Karton durch Entwässern eines Störstoffe enthaltenden Papierstoffs in Gegenwart von Polymerisaten her, die Vinylformamid- und Vinylamineinheiten enthalten und die K-Werte nach Fikentscher von mindestens 130 (bestimmt in 5 gew.-%iger wässriger Kochsalzlösung bei 25°C und einer Polymerkonzentration von 0,1 Gew.-%) haben. Die mittlere Molmasse M_w der in den Beispielen eingesetzten Polymeren liegt oberhalb von 1 Million. Die Polymeren sind beispielsweise durch Hydrolyse von Homopolymerisaten des N-Vinylformamids zugänglich. Der Hydrolysegrad der Polymeren beträgt weniger als 10 mol-%. Die hydrolysierten Polymeren werden als Entwässerungs-, Retentionsund Flockungsmittel einem Dünnstoff (Stoffdichte von beispielsweise 0,4 bzw. 0,5 Gew.-%) in Mengen von 0,002 bis 0,1 Gew.-%, jeweils bezogen auf trockenen Papierstoff, eingesetzt.
 - Aus der WO-A-98/48112 ist ein Verfahren zur Herstellung von Papier, Pappe und Karton bekannt, wobei man einen Störstoffe enthaltenden Papierstoff in Gegenwart eines Fixiermittels aus einem zu 25 bis 55 % hydrolysierten Homo- oder Copolymerisat des N-Vinylformamids mit einem K-Wert nach Fikentscher von 30 bis 150 (bestimmt in 1 gew.-%iger wässriger Lösung bei 25°C) und einem Retentionsmittel entwässert.
 - Obwohl die in den obengenannten Schriften offenbarten Vinylamineinheiten enthaltenden Polymeren gute Fixiermittel bzw. Entwässerungs-, Flockungs- und Retentionsmittel sind, treten in der Praxis bei der Verarbeitung von störstoffhaltigen Papierstoffen wie gestrichenem Ausschuß, immer noch Ablagerungsprobleme in der Sieb-, Pressen- und

20

25

30

35

2

Trockenpartie der Papiermaschine auf. Die Papiermaschine muß dann abgestellt und gereinigt werden.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die genannten Ablagerungsprobleme in der Papiermaschine bei der Verarbeitung von störstoffhaltigen Papierstoffen, insbesondere bei der Wiederverwendung von gestrichenem Ausschuß, zu minimieren bzw. zu beseitigen.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst mit einem Verfahren zur Herstellung von Papier, Pappe und Karton durch Entwässern eines Störstoffe enthaltenden Papierstoffs Molmasse M_w von mindestens 1 Million haben, wenn man zunächst einen Dickstoff bereitet, mindestens ein Vinylamineinheiten enthaltendes Polymer mit einer mittleren Molmasse M_w von mindestens 1 Million und einem Hydrolysegrad von1 bis 20 mol-% in den Dickstoff dosiert, den Dickstoff durch Zufügen von Wasser zu einem Dünnstoff verdünnt und den Dünnstoff entwässert.

Die Stoffdichte des Dickstoffs beträgt beispielsweise mehr als 2 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papierstoff. Der Hydrolysegrad der Polymeren liegt in den meisten Fällen bei 3 bis 15 mol-%. Vorzugsweise geht man von einem Dickstoff mit einer Stoffdichte von 3,0 bis 6,0 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papierstoff, und von Vinylamineinheiten enthaltenden Polymeren mit einem Hydrolysegrad von 5 bis 12 mol-% aus. Die Stoffdichte des Dickstoffs beträgt vorzugsweise 3,5 bis 4,5 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papierstoff. Nach dem Zusatz mindestens eines Vinylamineinheiten enthaltenden Polymeren wird der Dickstoff durch Zuführen von Wasser in einen sog. Dünnstoff überführt, der eine Stoffkonzentration unterhalb von 1,5 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papierstoff, hat. Meistens liegt die Stoffkonzentration des Dünnstoffs unterhalb von 1,2 Gew.-%, beispielsweise bei 0,5 bis 1,1 Gew.-%, vorzugsweise 0,6 bis 0,9 Gew.-%, jeweils bezogen auf trockenen Papierstoff.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden Papierstoffe eingesetzt, für deren Herstellung sämtliche Faserqualitäten oder Mischungen von Fasern in Betracht kommen. Für die Herstellung des Papierstoffs wird in der Praxis meistens Wasser verwendet, das zumindest teilweise, meistens sogar vollständig von der Papiermaschine zurückgeführt wird. Es handelt sich hierbei entweder um geklärtes oder auch ungeklärtes Siebwasser sowie um Mischungen solcher Wasserqualitäten. Das zurückgeführte Wasser enthält daher mehr oder weniger größere Mengen an sogenannten Störstoffen, die bekanntlich die Wirksamkeit der kationischen Retentions- und Entwässerungsmittel oder die "runnability" der Papiermaschine sehr stark beeinträchtigen, vgl. H.L. Baumgarten, Das Papier, Band 38, Heft 10 A, S. V121 bis V125 (1984).

10

5

3

Diese Störstoffe kommen sowohl in löslicher als auch in unlöslicher und in kolloidaler Form vor. Lösliche Störstoffe sind dabei z.B. Huminsäuren, Ligninsulfonat, Kieselsäuren oder Holzextrakte. Unlösliche, lipophil/hydrophobe Störstoffe - sogenannte Stickies oder white-pitch - stammen beispielsweise aus Prozeßchemikalien, die bei der Papiererzeugung verwendet werden, aus Bindemitteln für das Streichen von Papier und Karton, aus Klebstoffen für die Papierverarbeitung. Beispielsweise kann es sich hierbei um Haftklebstoffe, Dispersionsklebstoffe oder um Schmelzklebstoffe handeln oder auch um Druckfarbenbindemittel oder aus Werkstoffen der Papierverarbeitung. Probleme mit der "runnability" der Papiermaschine treten insbesondere beim Einsatz von Altpapier und bei der Rückführung von gestrichenem Ausschuß auf. Bei der Aufbereitung dieser Papierstoffe werden größere Teilchen, z.B. Teilchen mit einem Durchmesser oberhalb von 50 µm, mit Hilfe mechanischer Verfahren abgetrennt. In einem geschlossenen Wasserkreislauf einer Papiermaschine können jedoch aus kleineren Teilchen, die einen Durchmesser von unterhalb 50 µm haben und die mit Hilfe mechanischer Verfahren nicht abgetrennt werden können, infolge von Akkumulation größere Teilchen bilden. Diese sogenannte Sekundärstickybildung führt im Papierherstellungsprozeß zu störenden Ablagerungen auf der Sieb-, Pressen- und Trockenpartie der Papiermaschine.

20 Als Faserstoffe zur Herstellung der Pulpen kommen sämtliche dafür gebräuchlichen Qualitäten in Betracht, z.B. Holzstoff, gebleichter und ungebleichter Zellstoff sowie Papierstoffe aus allen Einjahrespflanzen. Zu Holzstoff gehören beispielsweise Holzschliff, thermomechanischer Stoff (TMP), chemo-thermomechanischer Stoff (CTMP), Druckschliff, Halbzellstoff, Hochausbeute-Zellstoff und Refiner Mechanical Pulp (RMP). Als 25 Zellstoff kommen beispielsweise Sulfat-, Sulfit- und Natronzellstoffe in Betracht. Vorzugsweise verwendet man ungebleichten Zellstoff, der auch als ungebleichter Kraftzellstoff bezeichnet wird. Geeignete Einjahrespflanzen zur Herstellung von Papierstoffen sind beispielsweise Reis, Weizen, Zuckerrohr und Kenaf. Zur Herstellung der Pulpen wird meistens Altpapier verwendet, das entweder allein oder in Mischung mit an-30 deren Faserstoffen eingesetzt wird oder man geht von Fasermischungen aus einem Primärstoff und zurückgeführtem gestrichenem Ausschuß aus, z.B. gebleichtes Kiefernsulfat in Mischung mit zurückgeführtem gestrichenem Ausschuß.

Um Ablagerungen auf der Papiermaschine zu vermeiden und um die Runnability der Papiermaschine zu verbessern, dosiert man Vinylamineinheiten enthaltenden Polymere, die durch Hydrolyse von Homo- und/oder Copolymerisaten von N-Vinylcarbonsäureamiden erhältlich sind, in den Dickstoff. Vorzugsweise verwendet man als Vinylamineinheiten enthaltende Polymere hydrolysierte Homopolymerisate von N-Vinylformamid mit einem Hydrolysegrad von 1 bis 20 mol-% einsetzt. Die in Betracht kommenden Polymeren haben eine mittlere Molmasse M_w von mindestens 1 Million,

meistens von 1 bis 10 Millionen Dalton, vorzugsweise 1,5 bis 3,5 Millionen Dalton. Die Polymeren haben beispielsweise eine Ladungsdichte von 0,5 bis 5,0, vorzugsweise 1,5 bis 3,5 meq/g. Vinylamineinheiten enthaltende Polymere sind aus dem Stand der Technik bekannt, vgl. insbesondere EP-A-0 438 755, Seite 3, Zeile 15 bis Seite 4, Zeile 20, US-A-4 421 602 sowie EP-A-0 231 901. Die Polymerisate sind erhältlich durch Homopolymerisation oder Copolymerisation von N-Vinylcarbonsäureamiden wie N-Vinylformamid, N-Vinylacetamid, N-Ethyl-N-vinylformamid, N-Ethyl-N-vinylgormamid, N-Methyl-N-vinylgormamid, N-Methyl-N-vinylgormamid und N-Vinylpropionamid. Vorzugsweise geht man von N-Vinylformamid aus.

10

5

Als Comonomere für die Herstellung von Copolymerisaten des N-Vinylformamids eignen sich insbesondere Vinylformiat, Vinylacetat, Vinylpropionat, C₁- bis C₄- Alkylvinylether, N-Vinylpyrrolidon, Ester, Nitrile und Amide von monoethylenisch ungesättigten C₃- bis C₅-Carbonsäuren, insbesondere von Acrylsäure oder von Methacrylsäure sowie monoethylenisch ungesättigte C₃- bis C₅-Carbonsäuren. Die Ester der Acrylsäure und Methacrylsäure leiten sich beispielsweise von Alkoholen mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen ab. Die Copolymerisate enthalten vorzugsweise 95 bis 10 Mol-% N-Vinylformamid und 5 bis 90 Mol-% mindestens eines anderen ethylenisch ungesättigten Monomeren. Bevorzugt werden hydrolysierte Polymerisate eingesetzt, die erhältlich sind durch Polymerisieren von

20

- (a) 100 bis 10 Mol-% N-Vinylformamid und
- (b) 0 bis 90 Mol-% Vinylformiat, Vinylacetat, Vinylpropionat, Methylacrylat, Ethylacrylat, Methylmethacrylat und/oder Maleinsäuredimethylester

25

30

35

40

und wobei aus diesen Polymeren im Anschluß an die Polymerisation 1 bis 20 mol-% der einpolymerisierten Vinylformamid-Einheiten unter Bildung von Vinylamin-Einheiten abgespalten werden. Ganz besonders bevorzugt werden bei dem erfindungsgemäßen Verfahren hydrolysierte Homopolymerisate des N-Vinylformamids mit einem Hydrolysegrad von 1 bis 20 mol-% und einer mittleren Molmasse M_w von mindestens 1 Million eingesetzt. Die Polymerisation der Monomeren wird üblicherweise in Gegenwart von Radikale bildenden Polymerisationsinitiatoren durchgeführt. Man kann die Polymeren nach allen bekannten Verfahren polymerisieren, z.B. erhält man sie durch Lösungspolymerisation in Wasser, Alkoholen, Ethern oder Dimethylformamid oder in Gemischen aus verschiedenen Lösemitteln, durch Fällungspolymerisation, umgekehrte Suspensionspolymerisation (Polymerisieren einer Emulsion einer monomerhaltigen wässrigen Phase in einer Ölphase) und Polymerisieren einer Wasser-in-Wasser-Emulsion, beispielsweise bei der man eine wässrige Monomerlösung in einer wässrigen Phase löst oder emulgiert und unter Bildung einer wässrigen Dispersion eines wasserlöslichen Polymeren polymerisiert, wie beispielsweise in WO 00/27893 beschrieben.

10

25

30

35

5

Im Anschluß an die Polymerisation werden die Polymeren, die einpolymerisierte Einheiten von N-Vinylcarbonsäureamiden enthalten, partiell hydrolysiert. Der Hydrolysegrad der Vinylcarbonsäureamidpolymeren beträgt vorzugsweise 3 bis 15 und insbesondere 5 bis 12 mol-%. Der Hydrolysegrad entspricht dem Gehalt der Polymeren an Vinylamingruppen in mol-%. Die Hydrolyse wird vorzugsweise in Gegenwart einer Säure oder einer Base durchgeführt. Man kann die Polymeren jedoch auch enzymatisch hydrolysieren. Bei der Hydrolyse mit Säuren (z.B. Mineralsäuren wie Schwefelsäure, Salzsäure oder Phosphorsäure, Carbonsäuren wie Ameisensäure oder Essigsäure, bzw. Sulfonsäuren oder Phosphonsäuren) entstehen die entsprechenden Ammoniumsalze der Polymeren, während bei der Hydrolyse mit Basen die Vinylamineinheiten der Polymeren in Form der freien Basen vorliegen. Bei der Hydrolyse von Copolymerisaten des N-Vinylformamids mit Vinylestern werden die in das Copolymerisat einpolymerisierten Vinylester-Einheiten partiell oder vollständig in Vinylalkohol-Einheiten überführt. Die Vinylamineinheiten der Polymeren können gegebenenfalls dadurch modifiziert werden, dass man sie in bekannter Weise in die Quaternierungsprodukte umwandelt, z.B. durch Umsetzung der Polymeren mit Dimethylsulfat.

Die Vinylamineinheiten enthaltenden Polymeren werden erfindungsgemäß bei der Herstellung von Papier beispielsweise in einer Menge von 0,002 bis 0,1 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papierstoff, in den Dickstoff dosiert.

Gegenstand der Erfindung ist außerdem die Verwendung von hydrolysierten Homooder Copolymerisaten von N-Vinylcarbonsäureamiden mit einem Hydrolysegrad von 1 bis 20 mol-% und einer mittleren Molmasse M_w von mindestens 1 Million bei der Herstellung von Papier, Pappe oder Karton als Zusatz zu einem Störstoffe enthaltendem Dickstoff zur Verringerung von Ablagerungen in der Sieb-, Pressen- und Trockenpartie von Papiermaschinen.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird vorteilhafterweise mindestens ein Retentionsmittel zum Dünnstoff dosiert. Als Retentionsmittel können alle hierfür beschriebenen polymeren Stoffe eingesetzt werden. So kann man beispielsweise die aus der US-A-4 421 602 bekannten partiell hydrolysierten Homopolymerisate des N-Vinylformamids als Retentionsmittel einsetzen. Der Hydrolysegrad der einpolymerisierten N-Vinylformamideinheiten kann 1 bis 100 % betragen. Man kann jedoch auch nicht hydrolysierte Polymerisate von N-Vinylformamid als Retentionsmittel verwenden. Solche Polymeren haben beispielsweise K-Werte von mindestens 160, vorzugsweise 180 bis 300 (bestimmt nach H. Fikentscher in 5 %iger wäßriger Kochsalzlösung bei 25°C und einer Polymerkonzentration von 0,5 Gew.-%).

Weitere geeignete Retentionsmittel sind beispielsweise Polyacrylamide, die in nicht modifizierter Form oder in kationisch oder anionisch modifizierter Form eingesetzt werden können. Copolymerisate aus Acrylamid oder Methacrylamid werden beispielsweise durch Copolymerisieren mit Dialkylaminoethylacrylaten oder Dialkylaminoethylmethacrylaten kationisch modifiziert. Von besonderem Interesse als Retentionsmittel sind hierbei Copolymerisate aus Acrylamid und N.N-Dimethylaminoethylacrylat oder Copolymerisate aus Acrylamid und N,N-Diethylaminoethylacrylat. Die basischen Acrylate sind beispielsweise in Mengen von 5 bis 70, vorzugsweise 8 bis 40 Mol-% in den Copolymerisaten enthalten und liegen vorzugsweise in mit Säuren neutralisierter oder in quaternisierter Form vor. Die Quaternisierung kann beispielsweise mit Methylchlorid oder Dimethylsulfat erfolgen. Acrylamid und Methacrylamid können durch Copolymerisieren mit monoethylenisch ungesättigten Carbonsäuren auch anionisch modifiziert werden. Hochmolekulare Copolymerisate aus beispielsweise Acrylamid und Acrylsäure sind bekannte Retentionsmittel. Der Gehalt an anionischen Comonomeren in den Copolymerisaten beträgt beispielsweise 5 bis 50, vorzugsweise 10 bis 40 Gew.-%. Die kationisch bzw. anionisch modifizierten Poly(meth)acrylamide haben beispielsweise K-Werte von mindestens 180 (bestimmt nach H. Fikentscher in 5 %iger wäßriger Kochsalzlösung bei 25°C und einer Polymerkonzentration von 0,5 Gew.-%).

20

25

10

Beispiele für kationische Retentionsmittel sind Polyethylenimine, Polyamine mit Molmassen von mehr als 50.000, Polyamidoamine, die gegebenenfalls durch Pfropfen mit Ethylenimin und anschließende Vernetzung mit beispielsweise Polyethylenglykoldichlorhydrinethern gemäß der Lehre der DE-C-24 34 816 oder mit Epichlorhydrin vernetzt sind, Polyetheramine, Polyvinylimidazole, Polyvinylimidazole, Polyvinyltetrahydropyridine, Polydialkylaminoalkylvinylether, Polydialkylaminoalkyl(meth)acrylate in protonierter oder quarternisierter Form, Polydiallyldialkylammoniumhalogenide wie insbesondere Polydiallyldimethylammoniumchlorid. Besonders bevorzugte Retentionsmittel sind die aus der oben angegebenen DE-C-24 34 816 bekannten mit Ethylenimin gepfropften und anschließend vernetzten Polyamidoamine.

30

35

40

Als Retentionsmittel kann man auch die aus der Literatur bekannten Mikropartikel-Systeme aus hochmolekularen Polyacrylamiden und Bentonit verwenden, wobei man dem Papierstoff zunächst ein hochmolekulares kationisches Polyacrylamid zusetzt, den Papierstoff einer Scherung unterwirft und danach Bentonit dosiert. Verfahren dieser Art sind beispielsweise Gegenstand der EP-A-0 235 893 und der EP-A-0 335 575. Eine andere Reihenfolge der Dosierung von polymerem Retentionsmittel und anorganischen Partikeln wie Bentonit, ist aus DE-A-102 36 252 bekannt. Vorzugsweise setzt man kationische Retentionsmittel ein. Die Retentionsmittel werden üblicherweise in einer Menge von 0,01 bis 0,2 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papier-

stoff, angewendet. Das Verhältnis von erfindungsgemäß zu verwendendem 1 bis 20 mol-% Vinylamineinheiten enthaltenden Polymeren mit Molmassen von > 1 Million zu Retentionsmittel beträgt beispielsweise 1:2 bis 5:1.

- Außer mindestens einem Retentionsmittel kann man bei der Herstellung von Papier, Pappe und Karton nach dem erfindungsgemäßen Verfahren weitere übliche Produkte in den gebräuchlichen Mengen zum Dünnstoff zugeben, z.B. Leimungsmittel, Verfestiger (Naß- und Trockenverfestigungsmittel), Biozide und/oder Farbstoffe.
- Sofern nichts anderes angegeben ist, bedeuten die Prozentangaben in den Beispielen Gewichtsprozent. Die Molmassen wurden durch statische Lichtstreuung bestimmt.

Beispiele

- 5 Folgende Polymere wurden verwendet:
 - PVAm 1: Polyvinylamin mit einer Molmasse von 400 000 D (hergestellt durch Hydrolyse von Poly-N-vinylformamid, Hydrolysegrad 95 mol-%)
- 20 PVAm 2: Polymer aus 30 mol-% Vinylamineinheiten und 70 mol-% N-Vinylformamideinheiten mit einer Molmasse von 400 000 D (hergestellt durch partielle Hydrolyse von Poly-N-vinylformamid)
- PVAm 3: Polymer aus 10 mol-% Vinylamineinheiten und 90 mol-% N-Vinylformamideinheiten mit einer Molmasse von 2 Millionen D (hergestellt durch
 partielle Hydrolyse aus Poly-N-vinylformamid)

Beispiel 1

- Auf einer Papiermaschine wurde kontinuierlich holzfreies Streichrohpapier mit einem Flächengewicht von 150 g/cm² hergestellt. Die Zusammensetzung des Papierstoffs in der Mischbütte bestand aus 14% gebleichtem Kiefernsulfat, 34% gebleichtem Birkensulfit, 21% gestrichenem Ausschuß und 31% gemahlenem Calciumcarbonat, die Konzentration des Papierstoffs betrug 4%, bezogen auf trockenen Papierstoff. Die Kapazität der Papiermaschine betrug 20 t/h. Das fertige Papier enthielt ca. 18% gemahlenes Calciumcarbonat.
- Die Faserstoffe wurden der Mischbütte in getrennten Strängen zugeführt. In den Strang, in dem der gestrichene Ausschuß transportiert wurde, dosierte man nach dem Entstipper 400 g/t PVAm 3, bezogen auf gestrichenen Ausschuß. Der in der Mischbütte

befindliche Papierstoff mit einer Stoffkonzentration von 4% wurde durch Zuführen von Wasser aus dem Papiermaschinenkreislauf zu einem Dünnstoff mit einer Konzentration von 0,8%, bezogen auf trockenen Papierstoff, verdünnt. Der Dünnstoff wurde nach Durchlaufen des Vertikalsichters kurz vor dem Stoffauflauf mit einem Retentionssystem aus 5 kg/t einer handelsüblichen kationischen Stärke (Substitutionsgrad DS = 0,03) und 800 g/t Polyaluminiumchlorid in Form einer 18%igen wässrigen Lösung versetzt. Die Maschine lief einwandfrei. Nach einer Laufzeit von einem Monat wurde die Maschine routinemäßig abgestellt und gereinigt. Die Ablagerungen auf der Maschine waren jedoch nicht so gravierend, dass man die Maschine hätte abstellen müssen.

10

5

Vergleichsbeispiel 1



Beispiel 1 wurde mit der einzigen Ausnahme wiederholt, dass man anstelle von PVAm 3 jetzt 400 g/t Polyaluminiumchlorid in Form einer 18%igen wässrigen Lösung in den Strang dosierte, in dem der gestrichene Ausschuß transportiert wurde. Die Laufeigenschaften der Maschine und die Qualität des hergestellten Papiers sind unbefriedigend. Die Papierproduktion musste nach einer Laufzeit der Maschine von 3 Tagen unterbrochen werden, um störende Ablagerungen auf Sieb-, Pressen- und Trockenpartie der Maschine zu entfernen.

20

Vergleichsbeispiel 2

25

Beispiel 1 wurde mit der einzigen Ausnahme wiederholt, dass man anstelle von PVAm 3 jetzt 400 g/t PVAm 1 in den Strang dosierte, in dem der gestrichene Ausschuß transportiert wurde. Die Laufeigenschaften der Maschine und die Qualität des hergestellten Papiers sind zwar gegenüber dem Vergleichsbeispiel 1 verbessert, jedoch musste die Papierproduktion ebenfalls nach einer Laufzeit der Maschine von 3 Tagen unterbrochen werden, um störende Ablagerungen auf Sieb-, Pressen- und Trockenpartie der Maschine zu entfernen.

30

Vergleichsbeispiel 3

35

Beispiel 1 wurde mit der einzigen Ausnahme wiederholt, dass man anstelle von PVAm 3 jetzt 400 g/t PVAm 2 in den Strang dosierte, in dem der gestrichene Ausschuß transportiert wurde. Die Laufeingenschaften der Maschine und die Qualität des hergestellten Papiers sind zwar gegenüber dem Vergleichsbeispiel 1 verbessert, jedoch mußte die Papierproduktion nach einer Laufzeit der Maschine von 4 Tagen unterbrochen werden, um störende Ablagerungen auf Sieb-, Pressen- und Trockenpartie der Maschine zu entfernen.

Patentansprüche

5

10

- 1. Verfahren zur Herstellung von Papier, Pappe und Karton durch Entwässern eines Störstoffe enthaltenden Papierstoffs in Gegenwart von Polymeren, die Vinylamineinheiten enthalten und die eine mittlere Molmasse M_w von mindestens 1 Million haben, dadurch gekennzeichnet, dass man zunächst einen Dickstoff bereitet, mindestens ein Vinylamineinheiten enthaltendes Polymer mit einer mittleren Molmasse M_w von mindestens 1 Million und einem Hydrolysegrad von1 bis 20 mol-% in den Dickstoff dosiert, den Dickstoff durch Zufügen von Wasser zu einem Dünnstoff verdünnt und den Dünnstoff entwässert.
 - 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Stoffdichte des Dickstoffs mehr als 2 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papierstoff, und der Hydrolysegrad der Polymeren 3 bis 15 mol-% beträgt.
 - 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Stoffdichte des Dickstoffs 3,0 bis 6,0 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papierstoff, und der Hydrolysegrad der Polymeren 5 bis 12 mol-% beträgt.
- 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Stoffdichte des Dickstoffs 3,5 bis 4,5 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papierstoff, beträgt und dass die Stoffdichte des Dünnstoffs auf eine Konzentration unterhalb von 1,5 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papierstoff, eingestellt wird.
- 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass man Vinylamineinheiten enthaltenden Polymere einsetzt, die durch Hydrolyse von Homo- und/oder Copolymerisaten von N-Vinylcarbonsäureamiden erhältlich sind.
 - Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass man als Vinylamineinheiten enthaltende Polymere hydrolysierte Homopolymerisate von N-Vinylformamid mit einem Hydrolysegrad von 1 bis 20 mol-% einsetzt.
 - 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass man mindestens ein Retentionsmittel in den Dünnstoff dosiert.
 - 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Menge der in den Dickstoff dosierten, Vinylamineinheiten enthaltenden Polymeren 0,002 bis 0,1 Gew.-%, bezogen auf trockenen Papierstoff, beträgt.

30

35

9. Verwendung von hydrolysierten Homo- oder Copolymerisaten von N-Vinylcarbonsäureamiden mit einem Hydrolysegrad von 1 bis 20 mol-% und einer mittleren Molmasse M_w von mindestens 1 Million bei der Herstellung von Papier, Pappe oder Karton als Zusatz zu einem Störstoffe enthaltendem Dickstoff zur Verringerung von Ablagerungen in der Sieb-, Pressen- und Trockenpartie von Papiermaschinen.



5

Verfahren zur Herstellung von Papier, Pappe und Karton

Zusammenfassung

Verfahren zur Herstellung von Papier, Pappe und Karton durch Entwässern eines Störstoffe enthaltenden Papierstoffs in Gegenwart von Polymeren, die Vinylamineinheiten enthalten und die eine mittlere Molmasse M_w von mindestens 1 Million haben, wobei man zunächst einen Dickstoff bereitet, mindestens ein Vinylamineinheiten enthaltendes Polymer mit einer mittleren Molmasse M_w von mindestens 1 Million und einem Hydrolysegrad von1 bis 20 mol-% in den Dickstoff dosiert, den Dickstoff durch Zufügen von Wasser zu einem Dünnstoff verdünnt und den Dünnstoff entwässert und Verwendung von hydrolysierten Homo- oder Copolymerisaten von N-Vinylcarbonsäureamiden mit einem Hydrolysegrad von 1 bis 20 mol-% und einer mittleren Molmasse M_w von mindestens 1 Million bei der Herstellung von Papier, Pappe oder Karton als Zusatz zu einem Störstoffe enthaltendem Dickstoff zur Verringerung von Ablagerungen in der Sieb-, Pressen- und Trockenpartie von Papiermaschinen.

